

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РОДИЯ (III) МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ ПО ПИКУ СЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРООКИСЛЕНИЯ ВИСМУТА ИЗ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ РОДИЯ С ВИСМУТОМ

Е.Н. Дьяченко

Научный руководитель – д.х.н., профессор Н.А. Колпакова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, enyachenko@tpu.ru

Метод инверсионной вольтамперометрии (ИВ) относится к высокочувствительным инструментальным методам анализа. Однако при определении родия этим методом возникают определенные трудности, связанные с тем, что процесс электроокисления осадка родия происходит в области разложения воды и маскируются этим процессом [1]. Известно, что определение родия методом ИВ можно проводить, если осаждают родий (III) в сплав с более благородным металлом, например, ртутью [2].

Целью данной работы было изучить возможность ИВ-определения родия (III) по пикам, селективного электроокисления висмута из бинарного сплава родий-висмут.

На стадии электроконцентрирования проводят электровосстановление родия (III) из раствора 1 М KSCN совместно с висмутом (III) в режиме «*in situ*» на поверхность графитового электрода при потенциале электролиза минус 0,8 В в течение 120 секунд. Электроокисление осадка проводят в области потенциалов от –0,06 до 0 В отн. нас. х.с.э. при скорости развертки потенциала 80 мВ/с. На вольтамперной кривой наблюдается несколько анодных пиков: пик электроокисления водорода адсорбированного родием ($E_p = -0,1$ В); пик электроокисления висмута ($E_p = 0,0$ В) с поверхности графитового электрода; пик селективного электроокисления висмута из ИМС с родием ($E_p = 0,3$ В). Ток последнего пика пропорционален содержанию ионов родия (III) в растворе при постоянном содержании ионов висмута.

Особенностью процесса окисления бинарного осадка родий-висмут является то, что висмут полностью снимается с поверхности графитового электрода, а родий остается на поверхности электрода до потенциала очистки электрода ($E_p = 1,1$ В). Если ограничиться потенциалами 0,5–0,8 В, то осадок родия остается на поверхности электрода и может быть перенесен в чистый фоновый электролит. При таком электрохимиче-

ском способе концентрирования родия на поверхности электрода возможно его определение без отделения от матрицы пробы. При таком способе пробоподготовки мешающими определению родия (III) элементами будут только ионы золота (III) и ионы платины (IV). Для устранения мешающего влияния ионы золота (III) использован прием облучения раствора УФ по методике [3]. Ионы золота (III) восстанавливаются до металла и не мешают определению родия (III).

Мешающее влияние ионов платины (IV) устраняют путем изменения pH раствора на щелочную (pH=8), как описано в работе [3]. Платина остается в водном растворе, а родий и остальная матрица пробы переходит в осадок. Осадок содержит ионы родия (III). Его растворяют в 1 М HCl и раствор полярографируют, осаждая родий на поверхность графитового электрода. Снижают потенциал до +0,8 В. Вынимают электрод из раствора, ополаскивают, опускают в раствор фона (1 М KSCN) и 2,0 мг/дм³ ионов висмута (III). Из этого раствора проводят электроосаждение висмута на поверхность ранее осажденных атомов родия и окисляют полученный осадок в области потенциалов 0,1–0,4 В, фиксируя кривую селективного электроокисления висмута из ИМС с родием. Концентрацию ионов родия (III) определяют методом добавок аттестованных смесей.

Правильность разработанной методики проверяли методом анализа стандартных образцов состава (СО) руды сульфидной медно-никелевой.

Согласно литературным данным, определение родия (III) в растворах, полученных после разложения руды, проводят современными методами анализа с обязательным выделением родия из матрицы пробы экстракцией или сорбцией [4]. Данный инверсионно-вольтамперометрический способ позволяет определять родий без его отделения от матрицы пробы. Предложенный способ использован для определения ионов ро-

дия (III) в золоторудном минеральном сырье.
Работа выполнена при поддержке Государ-

ственного задания «Наука» № 3805 (1.1488.2015).

Список литературы

1. Колпакова Н.А. *Определение платиновых металлов в минеральном сырье методом инверсионной вольтамперометрии (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2014. – Т.80. – №9. – С.5–13.*
2. Колпакова Н.А., Дьяченко Е.Н., Оськина Ю.А. *Определение элементов методом инверсионной вольтамперометрии по пикам селективного электроокисления ртути из бинарных сплавов // Сборник трудов второго международного симпозиума. «Ртуть в биосфере: эколого-геохимические аспекты». Новосибирск 21–25 сентября 2015 года. – Новосибирск: НГУ. – С.188–192.*
3. Колпакова Н.А., Смышляева Е.А. *Инверсионно-вольтамперометрическое определение платины в золоторудном сырье с предварительным фотохимическим восстановлением ионов золота // Изв. ВУЗов. Геология и разведка, 2003. – №4. – С.50–52.*
4. Бухбиндер Г.Л., Корда Т.М., Демидова М.Г., Гуськова Е.А., Торгов В.Г. *Определение платиновых металлов и золота в групповом экстракте методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой после автоклавного разложения геологических проб // Журн. аналит. химии, 2009. – Т.64. – №6. – С.611–619.*

ГЕЛЬ-ЭКСТРАКЦИЯ АЦИДОКОМПЛЕКСОВ МЕТАЛЛОВ ДИАНТИПИРИЛАКАНАМИ В РАССЛАИВАЮЩИХСЯ СИСТЕМАХ НА ОСНОВЕ СУЛЬФОНОЛА И ДОДЕЦИЛСУЛЬФАТА НАТРИЯ

С.А. Заболотных

Научный руководитель – д.х.н., с.н.с. А.Е. Леснов

Институт технической химии УрО РАН

614013, Россия, г. Пермь, ул. Королева 3, zabolotsveta@mail.ru

Применение расслаивающихся систем на основе промышленно выпускаемых ПАВ различных типов и неорганических высаливателей позволяет повысить безопасность экстракционных процессов [1]. В связи с этим, изучена экстракция ионов металлов диантипирилметаном (ДАМ), диантипирилпентаном (ДАП) и диантипирил-гептаном (ДАГ) в системах на основе анионных ПАВ сульфонола (натрий алкилбензосульфаты на основе керосина $C_nH_{2n+1}C_6H_4SO_3Na$, где $n=12-18$) и додецилсульфата натрия формулы ($C_{12}H_{25}OSO_3Na$, SDS) и неорганической кислоты – HCl или H_2SO_4 .

Для ускорения расслаивания системы предварительно термо-статировали при 75 °С в течение 30 мин., затем остужали до комнатной температуры. При этом фаза ПАВ, объемом 1,5–2,0 мл, часто застывала в виде мутного геля, что практически удобно для разделения фаз. Содержание металлов определяли в экстракте и рафинате комплексонометрически. Установленные оптимальные соотношения компонентов для це-

лей экстракции представлены в табл. 1.

В связи с существованием области расслаивания в кислых средах следовало предположить возможность экстракции ионов металлов, способных извлекаться в виде хлоридных ацидо-комплексов, например, Tl(III), Fe(III), Ga(III), Sn(II), Cd(II), In(III), а также Zr(IV) при высокой кислотности среды.

Во всех системах на всем интервале кислотности количественно экстрагируется Tl(III), а при концентрациях кислоты более 2 М возможно количественное извлечение Ga(III). В системе I экстракция Sn(II) превышает 95% при концентрации HCl более 3 М. При экстракции железа важную роль играет длина алифатического радикала в реагенте: так, в системе IV количественное извлечение ионов Fe(III) начинается при концентрации кислоты 4 М, а в системе VI – при 3 М. В системе I максимальное извлечение ионов металлов составило: Cu(I) – 81%, Zr(IV) – 69%, Cd(II) – 65%, Zn(II) – 35%. В системе III: Zr(IV) – 86%. В системе IV: Cu(I) – 65%, Zn(II)